

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平1-230442

⑮ Int. Cl.<sup>4</sup>

C 03 B 37/014  
G 02 B 6/00

識別記号

3 5 6

庁内整理番号

Z-8821-4G  
A-7036-2H

⑬ 公開 平成1年(1989)9月13日

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全4頁)

⑭ 発明の名称 光ファイバ用多孔質母材の処理方法

⑯ 特 願 昭63-55340

⑰ 出 願 昭63(1988)3月9日

⑱ 発 明 者 飯 野 頭 千葉県市原市八幡海岸通6番地 古河電気工業株式会社千  
葉電線製造所内

⑲ 発 明 者 桑 原 正 英 千葉県市原市八幡海岸通6番地 古河電気工業株式会社千  
葉電線製造所内

⑳ 出 願 人 古河電気工業株式会社 東京都千代田区丸の内2丁目6番1号

㉑ 代 理 人 弁理士 齋 藤 義 雄

明 細 書

1 発明の名称

光ファイバ用多孔質母材の処理方法

2 特許請求の範囲

石英系からなる光ファイバ用の多孔質母材を処理する方法において、多孔質母材を高温雰囲気中に入れて、その多孔質母材に含まれる水分、OH基などの不純物の大部分を当該母材から除去する工程と、その後、上記母材を高温のO<sub>2</sub>ガス雰囲気中に入れて処理する工程とを備えている光ファイバ用多孔質母材の処理方法。

3 発明の詳細な説明

『産業上の利用分野』

本発明は光ファイバ用の多孔質母材を処理する方法に関する。

『従来技術』

周知の通り、光ファイバを利用したシステムは公衆通信、短距離通信のほか、原子力発電所での各種設備にも応用され、実績を上げつつある。

一般に、放射線環境下で使用される石英系の光

ファイバとしては、耐放射線性の観点から純石英コアを備えたものが汎用されており、かかる純石英コアを備えた光ファイバも、OH基を多く含むものが耐放射線性に優れると報告されている。

『発明が解決しようとする課題』

しかし、OH基を多く含む純石英コアは、耐放射線性の点でよいとしても、OH基吸収ピークにおける裾(テール)のため、波長0.85μm帯の初期ロスが増大し、伝送特性が低下する。

本発明は上述した課題に鑑み、耐放射線性はもちろんのこと、波長0.85μm帯の初期ロスを下げることのできる光ファイバを得るため、新規な光ファイバ用多孔質母材の処理方法を提供しようとするものである。

『課題を解決するための手段』

本発明は所期の目的を達成するため、石英系からなる光ファイバ用の多孔質母材を処理する方法において、多孔質母材を高温雰囲気中に入れて、その多孔質母材に含まれる水分、OH基などの不純物の大部分を当該母材から除去する工程と、その

後、上記母材を高温の $D_2$ ガス雰囲気中に入れて処理する工程とを備えていることを特徴とする。

#### 【作用】

本発明方法の先行する処理工程では、多孔質母材に含まれる水分、OH基など、これら不純物の大部分をその母材から除去する。

こうして不純物が除去された石英ガラスは、その残存OH基がごく微量となるので、OH基吸収ピークが殆どみられなくなり、初期ロスが小さい。

本発明方法の後行する工程では、上記母材を高温の $D_2$ ガス雰囲気中に入れて処理し、かかる処理により、石英ガラス中にOD基を生成する。

こうして処理された石英ガラスが放射線被曝した場合、その被曝によるロス増がOD基により抑制されるとともに、OD基の吸収ピーク波長が長波長側へ1.35倍シフトするので、その吸収ピークの裾が波長 $0.85\mu m$ 帯に影響を与えることがない。

したがって、本発明方法により処理された母材をコア材とする光ファイバの場合、耐放射線性に優れ、波長 $0.85\mu m$ 帯の初期ロスも小さい。

3

から上端にわたる全体が炉心管11内の最高温部を通過した後、所定の不純物除去処理を終える。

かくて処理された母材20は、これに含まれていた不純物（水分、OH基など）が大部分除去され、ごく少量の不純物が残るのみとなる。

このように処理された母材20は、焼結が進行しているものの、完全に透明ガラス化されていないため、まだ、多孔質とみなすことができる。

つぎの処理を行なうときは、前記先行の処理を終えた母材20を、いったん、炉心管11内の上位に引き上げる。

かかる状態において、炉心管11内の最高温部を前記よりも高温に保持するとともに、その炉心管11内に所定量のヘリウム、重水を供給しながら所定のガス雰囲気中に形成し、上記母材20を所定の速度で降下させて、炉心管11内の最高温部を通過させる。

かくて処理された母材20は、完全に透明ガラス体となる。

つぎに、本発明の具体例とその比較例について

5

#### 【実施例】

以下、図面を参照して、本発明方法の実施例を詳述する。

第1図において、例えば電気炉からなるガラス化炉10は、石英製の炉心管11とカーボン製のヒータ12とを備えており、炉心管11の下端にはガス入口13が形成され、炉心管11の上端にはガス出口14が形成されている。

上記ガラス化炉10を介して処理される石英系の多孔質母材20は、VAD法、OVD法など、公知の手段により作製されたものであり、当該多孔質母材20は、支持棒21により支持されている。

第1図において、多孔質母材20中の水分、OH基などの不純物を除去すべく、当該母材20を処理するとき、ガラス化炉10の炉心管11内に所定量のヘリウム、脱水ガスを供給しながら、炉心管11内を所定のガス雰囲気中に形成し、炉心管11内をヒータ12により加熱して、その最高温部を所定の高温に保持した後、炉心管11内に挿入された多孔質母材20を所定の速度で降下させ、多孔質母材20の下端

4

説明する。

#### 【具体例】

多孔質母材20として、周知のVAD法により作製された直径 $50mm\phi \times$ 長さ $450mm$ の合成石英スート棒( $SiO_2$ )を用いた。

かかる多孔質母材20は、同心円からなる四重管構造のバーナを用いて、これの各流路に $SiCl_4$ 、 $H_2$ 、 $O_2$ 、 $Ar$ を供給し、これら各ガスの火炎加水分解反応により生成したスート状のガラス微粒子を棒状に堆積させて形成したものである。

なお、上記において、 $SiCl_4$ に代わりに $SiH_4$ を原料ガスとしても、同様にスートを得ることができる。

上記多孔質母材20の不純物を除去するとき、ガラス化炉10の炉心管11内に $He$ :  $50l/min$ 、 $Cl_2$ (脱水ガス):  $1.5l/min$ を供給しながら、炉心管11内最高温部を $1200^\circ C$ に保持した後、炉心管11内に挿入された多孔質母材20を $200mm/hr$ の速度で降下させて、既述のように処理した。

つぎに、上記処理後の母材20を透明ガラス化す

6

るとき、その母材20を炉心管11内の上位に引き上げてから、炉心管11内の最高温度を1620℃に保持するとともに、その炉心管11内にHe: 50ℓ/min、D<sub>2</sub>:0.2ℓ/minを供給し、当該母材20を200mm/hrの速度で降下させて、既述のように処理した。

上述した具体例により得られた各透明ガラス母材を、内面にB<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、Fがドーブされたクラッド部を有する石英管中にそれぞれロードインし、これらを1ℓ/minのCl<sub>2</sub>が供給される高温雰囲気中に入れてコラブスして、それぞれ光ファイバ母材を得た。

こうして得られた光ファイバ母材を、周知の加熱延伸手段により紡糸してコア直径=50μmφ、光ファイバ外径(直径)=125μmφ、比屈折率差Δ<sub>n</sub>=0.8%の光ファイバを得るとともに、その紡糸直後の光ファイバ外周に、シリコン樹脂による外径(直径)380μmφの被覆層を、周知のコーティングで形成した。

この光ファイバの屈折率プロファイルは、第2図に示す通りである。

7

上述した具体例、比較例1、2の各光ファイバを約2000mm長ずつ取り、これら光ファイバにLED(光パワー3μW、波長0.85μm)の光を入射しながら、γ線を1時間照射し、その際の初期ロスとγ線の被爆ロス増とをそれぞれ測定した。

これらの測定結果を次表に示す。

|       | 初期ロス<br>(dB/km) | 被爆ロス増<br>(dB/km) | 総 和<br>(dB/km) |
|-------|-----------------|------------------|----------------|
| 具 体 例 | 2 . 6           | 0 . 5 4          | 3 . 1          |
| 比較例 1 | 2 . 6           | 1 . 1            | 3 . 7          |
| 比較例 2 | 6 . 5           | 0 . 6 0          | 7 . 1          |

上記の表から明らかなように、本発明の具体例では、OH基を十分に除去してD<sub>2</sub>処理した後の母材をコア材としているので、初期ロス、γ線の被爆ロス増がいずれも小さい。

これは前述したように、OH基が十分に除去されているほか、コアガラス中に生成されたOD基によりγ線の被爆ロス増が抑制され、さらに、OD基の

9

#### [比較例 1]

多孔質母材20として、具体例と同じものを用いた。

かかる多孔質母材20の不純物を具体例と同様にして除去し、その後、D<sub>2</sub>の供給を省略した以外は具体例と同様にして当該母材20を透明ガラス化した。

比較例1の場合も、これにより得られた透明ガラス母材を用い、具体例と同様にして、第2図のごとき光ファイバを製造した。

#### [比較例 2]

多孔質母材20として、具体例と同じものを用いた。

かかる多孔質母材20の先行処理は、Cl<sub>2</sub>の供給を省略した以外は具体例と同様にして行ない、その後、母材20の透明ガラス化を比較例1と同様にして行なった。

比較例2の場合も、これにより得られた透明ガラス母材を用い、具体例と同様にして、第2図のごとき光ファイバを製造した。

8

吸収ピーク波長が長波長側へ1.35倍シフトするので、その吸収ピークの幅が波長0.85μm帯に殆ど影響しないためと推定される。

それに対する比較例1は、OH基が十分に除去された母材をコア材としているので、上記表に示したごとく、OH基吸収ピーク(波長0.945μm)でのが殆どみられず、初期ロスが小さいが、OH基を除去したことにより、かえって、γ線の被爆ロス増が生じている。

逆に比較例2の場合は、OH基が残存した母材をコア材としているので、上記表に示したごとく、γ線の被爆ロス増が小さいが、その残存OH基による吸収ピークの幅により、波長0.85μmにおける初期ロスが6.5dB/kmとかなり大きい。

#### 『発明の効果』

以上説明した通り、本発明方法によるときは、既述の二工程により多孔質母材を処理するので、かかる処理母材から光ファイバを作製した場合、良好な耐放射線性、ならびに、波長0.85μmにおける初期ロスの低下を同時に満足させる光ファ

10

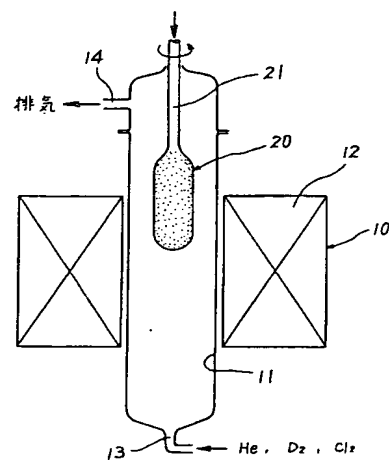
第 1 図

イバが得られる。

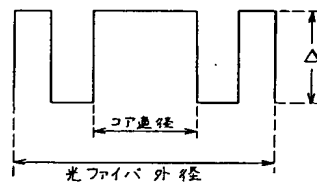
4 図面の簡単な説明

第 1 図は本発明方法の一実施例を略示した説明図、第 2 図は本発明方法による処理母材をコア材として製造された光ファイバの屈折率分布図である。

- 10.....ガラス化炉
- 11.....炉心管
- 12.....ヒータ
- 13.....ガス入口
- 14.....ガス出口
- 20.....多孔質母材



第 2 図



1 1

代理人 弁理士 斎藤 義雄